

LUBRICATING GREASE COMPOSITION FOR CONSTANT VELOCITY JOINT

Patent number: JP2000328085
Publication date: 2000-11-28
Inventor: OZAKI KOYO; YOSHIDA TSUYOSHI; MASUMORI RIYUUICHI
Applicant: SHOWA SHELL SEKIYU
Classification:
- international: C10M141/12; C10M135/12; C10M137/10; C10M139/00; C10N10/04; C10N10/12; C10N30/06; C10N40/04; C10N50/10
- european:
Application number: JP19990078578 19990323
Priority number(s): JP19990078578 19990323; JP19990069154 19990315

Abstract of JP2000328085

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a new grease composition for a constant velocity joint which shows an excellent effect in decreasing friction and abrasion even without use of molybdenum dialkyldithiocarbamate sulfide. **SOLUTION:** A grease composition comprising a basic oil and a urea-based viscosity increasing agent contains (A) 0.1 to 10 wt.% of an organic molybdenum complex, (B) 0.1 to 5 wt.% of at least one sulfur-containing additive selected from an olefin sulfide, a sulfur-phosphorous-based extreme pressure agent, a non-ash dithiocarbamate, a polysulfide, a thiodiazole-based compound and zinc thiocarbamate and (C) 0.1 to 5 wt.% of at least one additive selected from molybdenum dithiophosphate, zinc dithiophosphate and triphenylphosphorothionate.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-328085
(P2000-328085A)

(43) 公開日 平成12年11月28日 (2000. 11. 28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 1 0 M 141/12		C 1 0 M 141/12	4 H 1 0 4
135/12		135/12	
137/10		137/10	A
			Z
139/00		139/00	Z
審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平11-78578	(71) 出願人	000186913 昭和シェル石油株式会社 東京都港区台場二丁目3番2号
(22) 出願日	平成11年3月23日 (1999. 3. 23)	(72) 発明者	尾崎 幸洋 東京都港区台場2丁目3番2号 昭和シェ ル石油株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平11-69154	(72) 発明者	吉田 強 東京都港区台場2丁目3番2号 昭和シェ ル石油株式会社内
(32) 優先日	平成11年3月15日 (1999. 3. 15)	(74) 代理人	100094466 弁理士 友松 英爾 (外1名)
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 等速ジョイント用潤滑グリース組成物

(57) 【要約】

【課題】 硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンを使用しなくても優れた摩擦摩耗低減効果を発揮することができる新規な等速ジョイント用グリース組成物の提供。

【解決手段】 基油とウレア系増ちょう剤からなるグリースにおいて、(A) 有機モリブデン錯体0. 1~10重量%、(B) 硫化オレフィン、硫黄-リン系極圧剤、無灰ジチオカーバメート、ポリサルファイド、チアジアゾール系、およびジンクジチオカーバメートよりなる群から選ばれた硫黄を含む少なくとも1種の添加剤0. 1~5重量%、および(C) モリブデンジチオフォスフェート、ジンクジチオフォスフェートおよびトリフェニルフォスホロチオネートよりなる群から選択されたリンを含む少なくとも1種の添加剤0. 1~5重量%、を含有することを特徴とする等速ジョイント用グリース組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基油とウレア系増ちょう剤からなるグリースにおいて、(A)有機モリブデン錯体0.1～10重量%

(B)硫化オレフィン、硫黄－リン系極圧剤、無灰ジチオカーバメート、ポリサルファイド、チアジアゾール系、およびジंकジチオカーバメートよりなる群から選ばれた硫黄を含む少なくとも1種の添加剤0.1～5重量%および(C)モリブデンジチオフォスフェート、ジंकジチオフォスフェートおよびトリフェニルフォスホロチオネートよりなる群から選択されたリンを含む少なくとも1種の添加剤0.1～5重量%を含有することを特徴とする等速ジョイント用グリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、自動車の等速ジョイント(Constant Velocity Joints, 以下CVJと略す)用グリース組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】自動車エンジンの高出力化、CVJの小型軽量化や取付角度の増大によってジョイントの温度は上昇する傾向にある。またCVJの中でプランジ型ジョイントは、トルクを伝達しながら回転するので、軸方向にスライド抵抗を生じ、これが車の振動や騒音の起振源となっている。この問題を解決するために、CVJの構造面からの対策も検討されているが、低摩擦グリースの使用による摩擦抵抗の軽減が効果的である。

【0003】従来、CVJには二硫化モリブデン、硫化油脂、硫化オレフィンおよび鉛化合物等を含有した極圧リチウム石けんグリースが多く使用されている。最近では、摩擦特性に優れる硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンを添加したウレアグリースの使用が増加してきている。

【0004】これらの代表的技術として、特公平4-34590号公報には、ウレアグリースに①硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンと、②硫化油脂、硫化オレフィン、トリクレシルフォスフェート、トリアルキルチオフォスフェート、ジアルキルジチオリン酸亜鉛から選ばれる1種以上の硫黄－リン系極圧添加剤が必須成分として含有された自動車の等速ジョイント用グリース組成物が開示されている。

【0005】また、ウレアグリースに関するその他の技術は、特公平5-79280号、特公平8-23034号、特開平4-178499号、特開平4-304300号、特開平4-328198号、特開平6-57283号、特開平6-57284号、特開平6-100878号、特開平6-184583号、特開平7-197072号、特開平8-41485号、特開平9-194871号、特開平9-324190号、特開平10-183161号、特開平10-273691号、特開平10-

-273692号、USP4,840,740号、USP5,160,645号およびUSP5,449,471号等の明細書に開示されている。これらの技術は、いずれもウレアグリースへ硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンを加え、さらにジチオリン酸亜鉛のような他の添加剤とを併用添加することにより、摩擦摩耗を低減した技術と言える。

【0006】CVJメーカーにおいては、グリースのコストダウンをグリースメーカーに強く要求しているが、その一方ではCVJの振動特性を向上させるためにさらなる摩擦低減に効果のある高性能なグリースを求めている。

【0007】しかしながら、摩擦摩耗低減効果が認められる前記硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンは、高価格であるため、この添加剤を使用したグリースのコストダウンを図ることは難しい問題であった。また、一方では前述の硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンを使用しても前記各特許明細書記載のレベルから抜け出すことは難しく、この技術は、ほぼ限界にきていると考えられる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明の目的は、硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンを使用しなくても優れた摩擦摩耗低減効果を発揮することができる新規な等速ジョイント用グリース組成物を提供する点にある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、等速ジョイント用グリースの摩擦摩耗特性を評価するための試験法として規格化されたASTM D5707、すなわちSRV(Schwingung Reibung Und Verschleiss)試験機を用いて各種組成のグリース組成物を試作して試験を行ない、従来グリースよりも優れた摩擦摩耗低減の効果を発現する新規な等速ジョイント用潤滑グリース組成物を見出すことに成功した。

【0010】すなわち、本発明は基油とウレア系増ちょう剤からなるグリースにおいて、

(A)有機モリブデン錯体0.1～10重量%

(B)硫化オレフィン、硫黄－リン系極圧剤、無灰ジチオカーバメート、ポリサルファイド、チアジアゾール系、およびジंकジチオカーバメートよりなる群から選ばれた硫黄を含む少なくとも1種の添加剤0.1～5重量%および(C)モリブデンジチオフォスフェート、ジंकジチオフォスフェートおよびトリフェニルフォスホロチオネートよりなる群から選択されたリンを含む少なくとも1種の添加剤0.1～5重量%を含有することを特徴とする等速ジョイント用グリース組成物に関する。

【0011】本発明に用いる潤滑基油としては、鉱油およびエステル油、エーテル油、炭化水素油等の合成油ま

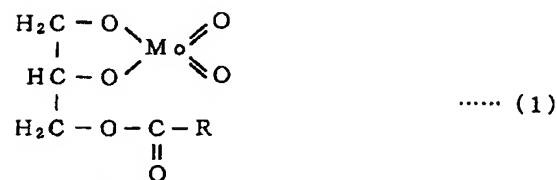
たはそれらの混合油を用いることができる。

【0012】ウレア系増ちょう剤としては、いずれのウレア化合物も使用でき、例えばモノ、ジ、トリ、テトラウレア等を挙げることができる。また、ウレア・ウレタン化合物およびウレア・イミド化合物のようにウレア化合物を含む種々の増ちょう剤を用いることができる。

【0013】本発明の(A)成分である有機モリブデン錯体は、特公平5-66435号公報記載の有機モリブデン錯体であることができる。この有機モリブデン錯体は、(a)炭素原子8~24個の脂肪油、(b)ジエタノールアミンおよび(c)モリブデン源を反応させるこ

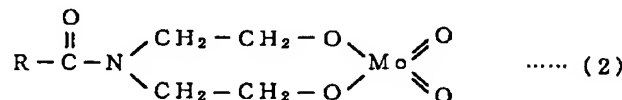
とにより製造することができ、その主要成分は下記一般式

【化1】



および一般式(2)

【化2】



【一般式(1)および(2)におけるRは脂肪油残基を表わす】であると考えられている。

【0014】脂肪油は、炭素原子8~24個を有する高級脂肪酸のグリセリルエステルである。このようなエステルは植物油ないし動物油として通常知られているものを用いることができ、具体的には、ヤシ、コーン、綿実、アマニ、ピーナツ、大豆およびヒマワリの種子から誘導される油を挙げることができる。同様に、獣(牛、羊)油のような動物脂肪油を用いることができる。

【0015】モリブデンの給源は、脂肪油とジエタノールアミンとの反応生成物と反応してエステルタイプのモリブデン錯体を形成することのできる含酸素モリブデン化合物である。モリブデンの給源には、取分け、モリブデン酸アンモニウム、酸化モリブデンおよびこれらの混合物が含まれる。

【0016】本発明に使用する(A)成分は、全ウレア系グリースに対して0.1~10重量%、好ましくは0.5~5重量%である。0.1重量%未満の場合については、摩擦低減効果が不十分であり、また10重量%を越えても効果の一層の増大はない。

【0017】本発明に使用する(B)成分は、硫化オレフィン、硫黄-リン系極圧剤、無灰ジチオカーバメート、ポリサルファイド、チアジアゾール系およびジンクジチオカーバメートよりなる群から選択される硫黄を含む添加剤である。その使用量は単独もしくはこれらの混合物の形で全ウレア系グリースに対して、0.1~5重量%、好ましくは0.5~2重量%である。0.1重量%未満の場合には摩擦低減効果が不十分であり、また5重量%を越えても効果の一層の増大はない。

【0018】本発明に使用する(C)成分は、モリブデンジチオフォスフェート、ジンクジチオフォスフェート、トリフェニルフォスホロチオネートよりなる群から選択されるリンを含む添加剤である。その使用量は、単独もしくは混合物の形でウレア系グリースに対して0.1~5重量%、好ましくは0.5~2重量%であ

る。0.1重量%未満の場合については摩擦低減効果が不十分であり、また5重量%を越えても効果の一層の増大はない。

【0019】また、本発明の組成物には酸化防止剤、防錆剤、極圧剤/耐摩耗剤、油性向上剤、増粘剤など公知の各種添加剤を配合することができる。

【0020】

【実施例】本発明を実施例および比較例を挙げて説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。

【0021】表1および表2に示す配合で、基グリースに添加剤を加え、三本ロールミルで処理し、実施例と比較例のグリースを得た。基グリースの組成と性状は、次に示すとおりである。なお、基油は100℃の粘度が約11mm²/Sの精製鉱油を用いた。

【0022】I. ジウレアグリース

基油5400g中において、1モルの4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(295.1g)と2モルのオクチルアミン(304.9g)を反応させ、生成したウレア化合物を均一に分散、処理してちょう度(25℃、60W):301、滴点:>270℃の性状を有するグリースを得た。ウレア化合物の含有量は10重量%である。

【0023】II. テトラウレアグリース

基油5100g中において2モルの4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(514.67g)と1モルのオクチルアミン(132.99g)、1モルのラウリルアミン(190.54g)および1モルのエチレンジアミン(61.80g)を反応させ、生成したウレア化合物を均一に分散、処理してちょう度(25℃、60W):308、滴点:254℃の性状を有するグリースを得た。ウレア化合物の含有量は15重量%となるようにした。

【0024】III. リチウム石けんグリース

基油1350g中において12-ヒドロキシステアリン酸リチウム(150g)を溶解し、均一に分散、処理し

てちょう度（25℃、60W）：275、滴点199℃
の性状を有するグリースを得た。リチウム石けんの含有
量は、10重量%である。

試験条件

試験片：標準ボール	直径10mm（材質DIN 100Cr6）
標準プレート	直径24×厚み7.85mm （材質DIN 100Cr6）
荷重/時間	50Nで30秒間ならし運転後、200Nで 30分間
周波数	50Hz
試験温度	50℃
摩擦係数	試験終了時の最後の15秒間における平均 摩擦係数

【0026】なお、表中1)～10)は下記のとおりで
ある。

1) Mo-Complex（モリブデンコンプレックス）は、MOLYVAN855（Vanderbilt社製、商品名）である。

2) 硫化オレフィン²⁾は、Anglamol 33（Lubrizol社製、商品名）である。

3) 硫黄-リン系³⁾は、Anglamol 99M（Lubrizol社製、商品名）である。

4) 無灰ジチオカーバメート⁴⁾は、Vanlube 7723（Vanderbilt社製、商品名）である。

5) ポリサルファイド⁵⁾は、TPS32（フランス e l f ATOCHEM社製、商品名）である。

6) チアジアゾール⁶⁾は、Vanlube 829（V

【0025】表1および表2に示すグリース組成物につ
いてASTM D5707に準拠した方法でSRV試験
を行ない、摩擦摩耗の程度を確認した。

anderbilt社製、商品名）である。

7) Zn-DTC（ジंकジチオカーバメート）は、
Vanlube Az（Vanderbilt社製、商
品名）である。

8) Mo-DTP（モリブデンジチオフォスフェー
ト）は、Sakuralube 300（旭電化社製、
商品名）である。

9) Zn-DTP（ジंकジチオフォスフェート）
は、Lubrizol社製、商品名）である。

10) TPPT（トリフェニルフォスホロチオネート）
は、IRGALUBETPPT（CIBA-GEIGY
社製、商品名）である。

【0027】

【表1】

実 施 例			1	2	3	4	5	6	7	8		
組成 wt%	基グリース	I. ジウレアグリース		95.5	94.5	95			95.5	95.5		
		II. テトラウレアグリース	95.5				94.5	95.5				
	添加剤	A	Mo-Complex ¹⁾	3	3	3	3	3	3	3	3	
		B	硫化オレフィン ²⁾	1								
			硫黄-リン系極圧剤 ³⁾			1	1	1	1			
			無灰ジチオカーバメート ⁴⁾								1	
			ポリサルファイド ⁵⁾		1							
			チアジアゾール ⁶⁾									1
	Zn-DTC ⁷⁾				0.5							
C	Mo-DTP ⁸⁾			1		1						
	Zn-DTP ⁹⁾	0.5		0.5		0.5	0.5					
		TPPT ¹⁰⁾		0.5		0.5			0.5	0.5		
合 計			100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0		
試験 結果	SRV試験 (ASTM D5707)	摩擦係数	0.068	0.062	0.067	0.070	0.068	0.070	0.065	0.075		
		ボールの平均摩耗痕径 (mm)	0.46	0.44	0.45	0.48	0.42	0.45	0.44	0.42		

【0028】

【表2】

比 較 例			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11		
組成 wt%	基グリース	I. ジウレアグリース	97	96	96	96	96	96	96	96	96	95			
		II. リチウム石けんグリース											95.5		
	添加剤	A	Mo-Complex ¹⁾	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	
		B	硫化オレフィン ²⁾			1									
			硫黄-リン系極圧剤 ³⁾				1								
			無灰ジチオカーバメート ⁴⁾					1							1
			ポリサルファイド ⁵⁾							1					
			チアジアゾール ⁶⁾								1				
		Zn-DTC ⁷⁾									1				
		C	Mo-DTP ⁸⁾									1		1	
Zn-DTP ⁹⁾			1									1			
TPPT ¹⁰⁾												1			
合 計			100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.5		
試験 結果	SRV試験 (ASTM D5707)	摩擦係数	0.110	0.110	0.085	0.091	0.085	0.097	0.107	0.084	0.117	0.110	0.130		
		ボールの平均摩耗痕径 (mm)	0.50	0.62	0.48	0.48	0.46	0.44	0.43	0.57	0.53	0.65	0.57		

【0029】〈評価〉実施例1～8は、耐摩耗性および摩擦係数に優れた結果を示している。一方、比較例1～10は、ウレアグリースへ（A）成分である有機モリブデン錯体単独、（A）成分と（B）成分である特定の硫黄を含有する添加剤との併用、（A）成分と（C）成分である限定されたリンを含有する添加剤との組合せを用いたグリースでSRV試験を行ったものである。また比較例11は実施例7に対応するものであるが、ベースがリチウム石けんグリースを用いたものである。その結果、リチウム石けんグリースでは耐摩耗性および摩擦係

数がともに大きく、摩擦摩耗の低減効果がないことが判る。

【0030】

【発明の効果】本発明により、摩擦係数および耐摩耗性に優れた等速ジョイント用潤滑グリース組成物を得ることができた。特に本発明によれば、ASTM D5707における摩擦係数が0.075以下、好ましくは0.070以下であり、ボールの平均摩耗痕径（mm）が0.50以下、好ましくは0.45以下の等速ジョイント用潤滑グリース組成物を得ることができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

テーマコード（参考）

// C 1 0 N 10:04

10:12

30:06

40:04

50:10

(72)発明者 益森 隆一

東京都港区台場2丁目3番2号 昭和シェ
ル石油株式会社内

Fターム(参考) 4H104 AA13R BB17R BB35C BE04R

BE11C BE13B BG02C BG07C

BG10C BG11C BG17C BG19C

BH06C BH07C BH12C CE14B

DA02A EB02 FA02 FA06

LA03 PA01 QA18